

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-302828

(P2000-302828A)

(43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 8 F 283/12		C 0 8 F 283/12	
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	J
B 2 9 C 47/40		B 2 9 C 47/40	Z
C 0 8 G 77/42		C 0 8 G 77/42	
C 0 8 J 3/12	CFH	C 0 8 J 3/12	CFHZ
審査請求 未請求 請求項の数10 OL (全 15 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-34875(P2000-34875)

(22) 出願日 平成12年2月14日 (2000. 2. 14)

(31) 優先権主張番号 特願平11-38039

(32) 優先日 平成11年2月17日 (1999. 2. 17)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願平11-39532

(32) 優先日 平成11年2月18日 (1999. 2. 18)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 中西 鉄雄

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(72) 発明者 小野 猪智郎

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(74) 代理人 100087631

弁理士 滝田 清暉 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機シリコーン樹脂粉体

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 光沢や触感等の質感及び伸展性や感触等の使用感を向上させ、硬い感触やべたつき等の違和感を解消することができると共に、比重の高さを解消させることにより該組成物中に沈降することがない有機シリコーン樹脂粉体、前記有機シリコーン樹脂粉体を含有する化粧料及び前記有機シリコーン樹脂粉体の製造方法を提供する。

【解決手段】 反応性基含有オルガノポリシロキサンと、少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体を含み、板状で、アスペクト比が約1より大きい有機シリコーン樹脂粉体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 反応性基含有オルガノポリシロキサンと、前記反応性基に反応性の少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体を含み、板状で、アスペクト比が1より大きい有機シリコン樹脂粉体。

【請求項2】 前記反応性基がラジカル重合性基であり、前記反応性単量体又はオリゴマーがラジカル重合性である請求項1に記載の有機シリコン樹脂粉体。

【請求項3】 更に無機粉末を含む請求項1又は2に記載の有機シリコン樹脂粉体。

【請求項4】 請求項1～3のいずれか一項に記載の有機シリコン樹脂粉体を含む化粧料。

【請求項5】 前記有機シリコン樹脂粉体の含有量が0.01～50重量%である請求項4に記載の化粧料。

【請求項6】 前記共重合体の数平均分子量が2000～100000である請求項4又は5に記載の化粧料。

【請求項7】 更に油剤、界面活性剤、及び粉体から成る群から選択される少なくとも一種を含有する請求項4～6のいずれか一項に記載の化粧料。

【請求項8】 反応性基含有オルガノポリシロキサンと、前記反応性基に反応性の少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体をフィルム化して粉碎した後ふるいにかけることから成る、板状でアスペクト比が1より大きい有機シリコン樹脂粉体の製造方法。

【請求項9】 前記反応性基がラジカル重合性基であり、前記反応性単量体又はオリゴマーがラジカル重合性である請求項8に記載の製造方法。

【請求項10】 前記フィルム化を2軸押出し機にて行う請求項8又は9に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、反応性基含有オルガノポリシロキサンとその反応性基と反応性の少なくとも一種の単量体若しくはオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体からなる有機シリコン樹脂粉体であって、例えば化粧料、ワックス又は塗料等に配合することにより、いわゆる「のび」、「広がり」等の伸展性や光沢ある外観等の質感を向上させることが可能な有機シリコン樹脂粉体に関する。更に本発明は、化粧料に関し、詳細には、反応性基含有オルガノポリシロキサンとその反応性基と反応性の少なくとも一種の単量体若しくはオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体からなる有機シリコン樹脂粉体を配合することにより、「さらさら感」、「さっぱり感」等の使用感や「のび」、「広がり」等の伸展性等の使用性と共に付着性を向上させた化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、化粧料は、化粧料に要求され

る特性、すなわち「さらさら感」や「さっぱり感」等の使用感、「のび」や「広がり」等の伸展性等の使用性、さらに光沢や彩色等の質感等の特性を改良し、また、これらの特性を一段と向上させるため、炭化水素系の樹脂やシリコン系の樹脂と共に、酸化チタン等の無機粉末が配合された組成物から構成されている。例えば、炭化水素系の樹脂として、特開昭52-99236号公報にはポリエチレン樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、塩化ビニル樹脂又はエポキシ樹脂等の合成樹脂粉末が配合された化粧料が開示されている。また、シリコン系の樹脂として、特開平1-268615号公報にはシリコンの三次元架橋物であるポリオルガノシルセスキオキサン粉末が配合された化粧料が、さらに、特公平7-53646号公報にはゴム弾性を有するシリコンゴム粉粒状物が配合された化粧料が開示されている。

【0003】 一方、無機粉末は、例えばベンガラ、酸化チタン等は顔料として、マイカ、セリサイト等の板状粉体はネイルカラー、ネイルコート、ファンデーション、マスカラ又はアイライナー等の必須成分として従来から用いられている。かかる無機粉末は基材表面に水酸基を有するので、活性度や凝集性を緩和させるため又は疎水化するため、従来からシリコン処理、フッ素処理、金属疎酸処理又は活性剤処理等を行ってから使用するのが一般的である。しかしながら、上記炭化水素系の樹脂を配合した化粧料は、一般に硬度が高くなり易く、使用時に硬い感触等の違和感を与えることがある。一方、シリコン系の樹脂として、例えばポリオルガノシルセスキオキサン粉末を配合した化粧料は、さらっとした感触が得られるものの、炭化水素系の樹脂と同様に硬度が高いため硬い感触の違和感を与える場合がある。他方、シリコンゴム粉粒状物を配合した化粧料は、硬い感触を払拭できるものの、流動性に欠けるため取り扱い上不便であり、しかも凝集性が強く相溶性に劣るため他の配合成分と均一に分散することが困難となる場合がある。

【0004】 これら従来からあるシリコン微粒子は、一般的に乳化重合法により作られるため、球状あるいはそれに近い形状をしている。化粧料において、球状粉体は、化粧料を皮膚に塗布する時のスライド性の向上およびベタ付き感の低減を目的に使用されているが、その形状のため、化粧料の肌への付着性は劣る。従って、マイカやセリサイト等の無機系の板状粉体が化粧料には配合され、付着性の向上を図っているのが一般的である。しかし、これらの無機系の板状粉体は、比重が2～3と組成物を構成する他の成分と比較して比重が重く、また天然素材であるため不純物を含み、よって色味がくすんでいる。従って、化粧料に配合した場合、液状の製品系においては沈降等の問題が生じ、また、油剤等で濡れると、くすみが一層ひどくなり化粧料の彩度を低下させる等の原因になっていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、他の成分と共に配合して組成物とした場合に、光沢や触感等の質感及び伸展性や感触等の使用感を向上させ、従来の炭化水素系あるいはシリコン系の樹脂を組成物の成分として使用した場合に生じ易い、硬い感触やべたつき等の違和感を解消することができると共に、比重の高さを解消させることにより該組成物中に沈降することがない有機シリコン樹脂粉体、前記有機シリコン樹脂粉体を含有する化粧料及び前記有機シリコン樹脂粉体の製造方法を提供することを主目的とするものである。また、「しっとり感」、「さらさら感」、「さっぱり感」等の使用感や「のび」、「広がり」等の伸展性等の使用性と共に付着性を向上させ、さらに比重、相溶性及び分散性を改善することにより、粉体が沈降することがない化粧料を提供することを主目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の主題は、反応性基含有オルガノポリシロキサンと、前記反応性基に反応性の少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体を含み、板状で、アスペクト比が約1より大きい有機シリコン樹脂粉体である。この反応性基がラジカル重合性基であり、反応性単量体又はオリゴマーがラジカル重合性であってもよい。この有機シリコン樹脂粉体は更に無機粉体を含んでもよい。この発明の別の主題は、反応性基含有オルガノポリシロキサンと、前記反応性基に反応性の少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体を含み、板状で、アスペクト比が約1より大きい有機シリコン樹脂粉体の含有量は約0.01～約50重量%であつてもよい。またこの共重合体の数平均分子量は約2000～約100000であつてもよい。この化粧料は更に油剤、界面活性剤、及び粉体から成る群から選択される少なくとも一種を含有してもよい。

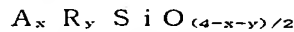
【0007】この発明の更に別の主題は、反応性基含有オルガノポリシロキサンと、前記反応性基に反応性の少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体をフィルム化して粉砕した後ふるいにかけることから成る、板状でアスペクト比が約1より大きい有機シリコン樹脂粉体の製造方法である。このフィルム化は2軸押し出し機に行ってもよい。ここで、アスペクト比とは、粉体の粒子の厚さを a 、長径を b とした時の比(b/a)をいう。従って、アスペクト比の値が大きいほど板状の粒子とみなすことができる。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。本発明の有機シリコン樹脂粉体の形状は板状であり、その厚さは、0.1～2 μm である。一方、体積基

準の平均粒子径(D_p 50)は、取り扱い性や使用感等を考慮すると0.1～100 μm が好ましく、特に好ましくは1～50 μm の範囲である。厚さが薄過ぎたり粒径が小さ過ぎると、粉体特有の光沢が損なわれる場合があり、一方厚さが厚過ぎたり粒径が大き過ぎると、粉体自身がざらざらした感触となることがあるので前記範囲とするのが望ましい。本発明の有機シリコン樹脂粉体のアスペクト比は約1より大きい、更に、効果を一層向上させ、確実なものにするために、アスペクト比を5～50の範囲とすることがより好ましい。

【0009】次に、本発明において共重合体の製造に用いられる反応性基含有オルガノポリシロキサンとその反応性基と反応の単量体又はオリゴマーについて説明する。まず、反応性基含有オルガノポリシロキサンは、一般式、



(式中、Aは反応性基、Rは同一又は異種の炭素数1～10の一価炭化水素基、 x は0.002～1.5、 y は0～3.0であり、 $1.5 \leq x+y \leq 2.5$ を満たす。)で示される。

【0010】ここで、反応性基とは、化学反応性を有する官能基を意味するが、具体的にはアミノ基、水酸基、エポキシ基、カルボン酸基又はラジカル重合性基等が例示され、ラジカル重合性基には、ビニル基、スチリル基、 α -メチルスチリル基、アクリル基、メタクリル基が例示される。従って、反応性基含有オルガノポリシロキサンとして具体的にアミノ変性シリコン、アルコール変性シリコン、エポキシ変性シリコン、カルボン酸変性シリコン、ビニル変性シリコン、スチレン変性シリコン、ビスフェノールA変性シリコン、アクリル変性シリコン、メタアクリル変性シリコン又は無水マレイン酸変性シリコン等が例示される。上記の反応性基が変性されたシリコンの中で、反応性の高さ、反応コントロールのし易さ又は原料入手の容易さ等を考慮すると、アクリレートやメタアクリレート等のアクリル系の反応性基を有する変性シリコンが好ましい。なお、反応性基は、オルガノポリシロキサン骨格中に少なくとも1個存在すればよく、また、分子中における反応性基の結合位置は、反応性を考慮するとオルガノポリシロキサンの末端であることが望ましい。さらに、本発明で用いられる反応性基含有オルガノポリシロキサンは、一般式中の係数 x 及び y を前記範囲としたことにより、同一又は異種の反応性基を1分子内に複数有していてもよく、さらに、オルガノポリシロキサンの骨格は、線状のみならず分岐状であっても構わない。また、異なる分子量を有する2種以上のオルガノポリシロキサンの混合物として用いても構わない。

【0011】このような範囲内の反応性基含有オルガノポリシロキサンを選択すれば、「のび」等の伸展性や「しっとり感」等の使用感を向上させることができる。

次に、本発明で共重合体の製造に用いられる反応性単量体又はオリゴマーは、オルガノポリシロキサンが含有する反応性基と反応可能な官能基を有していればよい。具体的に説明すると、オルガノポリシロキサンが反応性基としてアミノ基、アルコール基、エポキシ基、カルボン酸基又はラジカル重合性基のいずれかを有する場合に、該反応性基に対応してエポキシ基、カルボン酸基、アミノ基、アルコール基又はラジカル重合性基の反応性基を有する単量体又はオリゴマーをそれぞれ選択すればよい。

【0012】なお、反応性単量体又はオリゴマーとして、上記の反応性基含有オルガノポリシロキサンの場合と同様に、反応性の高さ、反応コントロールのし易さ又は原料入手のし易さ等を考慮するとラジカル重合性基を有する単量体又はオリゴマーを用いることが望ましい。具体的には、エチレン、プロピレン、ブテン、ペンテン、4-メチルペンテン、ヘキセン、ヘプテン、オクテン、ビニルシクロヘキセン、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、ビニルエチルベンゼン、ビニルキシレン、p-t-ブチルスチレン、 α -メチル-p-メチルスチレン等の α -オレフィン、さらにはアクリロニトリル、アクリル酸、メタアクリル酸、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸ブチル、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、イソボルニルアクリレート、ジシクロペンチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、N、N-ジメチルアクリルアミド、N-ビニルアセトアミド、N-ビニルピロリドン、N-ビニルカプロラクタム、アクリロイルモルホリン、N-ビニルイミダゾール、無水マレイン酸、フェニルマレイミド、又はこれらのオリゴマー等が例示される。さらに、トリシクロデカンジメタノールジアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ポリエチレン(プロピレン)グリコールジアクリレート等の多官能型であっても構わない。

【0013】このように反応性基含有オルガノポリシロキサンと反応性モノマー又はオリゴマーとを適宜選択して共重合させればよいが、特にラジカル重合性モノマーとラジカル重合性基含有オルガノポリシロキサンとを共重合させてオルガノポリシロキサンを有機樹脂にグラフトさせる場合には、片末端にラジカル重合性基を有するオルガノポリシロキサンを使用することが望ましい。なお、上述のラジカル重合性モノマーとラジカル重合性基含有オルガノポリシロキサンとの重合反応は、常法に従いベンゾイルパーオキサイド、アゾビスイソブチロニトリル等のラジカル開始剤を用いて乳化重合、溶液重合又は塊重合等により行うことができる。このようにして得られたラジカル共重合体が水酸基を有する場合には、さらに二塩基性酸無水物と反応させて共重合体の水酸基の

一部にカルボキシル基を導入させた変性共重合体としてもよい。そして、さらに該変性共重合体をアルカリ溶液によって中和したカルボン酸塩とすることもできる。

【0014】上記のようにして製造された共重合体の重量平均分子量は、2000~100000であり、より好ましくは5000~60000である。上記分子量が2000未満であると粉体にした場合にもろく、しかも化粧料等に配合した場合にはタック感を生じ易い。一方100000を越えると硬くなり易いので、化粧料等に配合した場合にざらざらした感触となり易い。従って、前記範囲とするのが望ましいが、分子量が5000~60000の範囲にあれば確実に上記不具合を解消することができる。また、反応性基含有オルガノポリシロキサンと反応性単量体又はオリゴマーとの配合比は、重量比で0.1/99.9~50/50、特に5/95~30/70の範囲であることが好ましい。反応性基含有オルガノポリシロキサンの配合割合が、0.1重量%未満であるとオルガノポリシロキサン特有の優れた滑り性等の特性を発揮できないことがあり、50重量%を越えるとガラス転移点が低下し易いため、例えば化粧料等の組成物とした場合に突っ張り感等の違和感を与えることがあるからである。

【0015】そこで、前記重量比を5/95~30/70とすれば、確実にシリコン特有の滑り性等の特性を発揮できると共に、共重合体のガラス転移点を40℃以上にすることができるので、例えば化粧料等の組成物とした場合に確実に突っ張り感等の違和感を与えることがない。また、共重合体の分子量を高くしたい場合には、配合量を調節して共重合させる方法、反応性単量体若しくはオリゴマー又は反応性基含有オルガノポリシロキサンの一方あるいは双方を2種以上用いて共重合させる方法又は多官能性基を有する反応性単量体若しくはオリゴマー又は反応性基含有オルガノポリシロキサンを共重合させる方法の他、反応性単量体又はオリゴマーと反応性基含有オルガノポリシロキサンの他に、該単量体又はオリゴマーやオルガノポリシロキサンと反応可能な化合物を加えて共重合させてもよい。具体的には、反応性単量体としてカルボン酸基を含有するオレフィン系単量体を選択した場合には、該カルボン酸基含有オレフィン系単量体と反応可能なアルコール基を有するオルガノポリシロキサン及びグリコール等の多価アルコールとを脱水縮合反応させると共に、オレフィンをラジカル重合させて共重合体とすることができる。

【0016】また、上述の場合において、カルボン酸基の代わりにエポキシ基を有するオレフィン系単量体を、アルコール基の代わりにアミノ基を有するオルガノポリシロキサンとアミノ化合物を用いて付加反応を行ってもよい。さらに、上述の場合において、反応性単量体ではなく反応性基含有オルガノポリシロキサンの方を多官能性としても構わない。次に、本発明の化粧料に配合され

る形状が板状でありアスペクト比が約1を超える有機シリコーン樹脂粉体の製造方法について説明する。まず、上記いずれかの方法に従って共重合体を得た後、溶剤を留去して樹脂分を分離又はメタノール等を用いて再沈を行い粉体を濾別して樹脂分を分離して行う。ここで、共重合体を製造する場合において、重合反応の前後又は重合反応中に酸化チタン、マイカ又は雲母チタン等の無機粉体、パール光沢剤又は無機顔料等の無機系の基材の他、シリコーンオイル等の滑剤、静電気防止剤、紫外線吸収剤又は酸化防止剤等の一般合成樹脂添加剤を添加することができる。

【0017】この方法を採用することによって、所望の外観を有する粉体を製造することが可能であり、従来の無機粉体では全く不可能な外観が得ることができる。このようにして得られた樹脂分を板状の粉体とする方法としては、樹脂分を有機溶剤に溶解した後、薄膜化して粉碎する方法、樹脂分を2軸押し出し機を用いてフィルムとし、これを延伸する方法または再沈法によって得た粉末を乾燥後粉碎する方法等によっても微粉碎された粉末が得られるが、特に、剥離紙等の製法と同様にフィルム状に塗布した後、剥離して粉碎すれば、マイカ等と使用感が同等の板状の粉体に形成することができる。また、得られた樹脂分を破碎する場合には従来公知の破碎器、例えばカッターミル、ハンマーミル、ジョークラッシャー等の粗砕機、スタンプミル、ジェットミル、ボールミル、ローラーミル、ピンミル、インペラーミル等の微粉碎器等を用いてもよい。また、これら装置は、低温～加熱した状態で使用しても構わない。

【0018】このようにして得られた板状の粉体を分級器によってふるい分け、所望の粒径とアスペクト比を有する有機シリコーン樹脂からなる板状の粉体を得られる。なお、この板状の粉体に対し金属石鹸処理、アルミナ処理、シリカ処理又は燐酸処理等の表面処理を行っても構わない。ここで、板状の粉体の体積基準の平均粒子径 (D_v50) は、ふるい法、レーザー法、遠心沈降法等で測定し、厚さは電子顕微鏡で視野中の任意の粒子を数点選択して、計測し平均値を算出した。このようにして得られた平均粒子径と厚さから、アスペクト比を算出した。このようにして得られた有機シリコーン樹脂粉体は、化粧料の1成分として例えば0.01～50重量%含有されている。配合量が、0.01重量%より少ないと「さらさら感」等の優れた使用感が得られない場合があり、一方50重量%を超えると「のび」、「広がり」等の使用性を損なう場合があるので前記範囲とすることが望ましい。さらに望ましい範囲は、0.05～20重量%であり、この範囲内にあれば確実に上記不具合を解消することができる。

【0019】上述の有機シリコーン樹脂粉体を含有する化粧料は、従来より使用されている無機粉体に比べ比重を格段に低く抑えることができるので、化粧料に配合し

た場合に経時で粉体が沈降するという不具合を解消することができる。さらに、化粧料の成分として従来の炭化水素系の樹脂を配合した場合に生じ易いざらつき感や、シリコーン系の樹脂を配合した場合に生じ易いべたつき感等の違和感をも、相溶性や分散性が改善される共重合体で構成され、形状が板状であるアスペクト比が約1より大きい有機シリコーン樹脂粉体を添加することにより解消できると共に、それぞれの樹脂が本来的に有する安定性やしっとり感等の利点のみを化粧料に付与することができる。従って、従来から使用されてきた無機粉体に比べ、性能はもとより取り扱い性も格段に改善されているので十分無機粉体から代替することが可能である。

【0020】なお、本発明の化粧料には他の成分も配合することもでき、具体的に以下のものが挙げられる。化粧料の目的に応じて油剤を配合することができるが、その形態は、固体、半固体又は液体のいずれであっても構わない。例えば、天然動植物油脂類又は半合成油脂として、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油等が挙げられる。さらに、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシク油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等が例示される。

【0021】炭化水素油としては、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等が挙げられる。高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸 (EPA)、ドコサヘキサエン酸 (DHA)、イソステアリン酸、12-ヒ

ドロキシステアリン酸等が挙げられる。高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（バチルアルコール）、モノオレイルグリセリンエーテル（セラキルアルコール）等が例示される。

【0022】エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル等が挙げられる。さらに、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等が例示される。

【0023】グリセライド油としては、アセトグリセライド、トリイソオクタン酸グリセライド、トリイソステアリン酸グリセライド、トリイソパルミチン酸グリセライド、トリ2-エチルヘキサン酸グリセライド、モノステアリン酸グリセライド、ジ2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、トリミリスチン酸グリセライド等が挙げられる。シリコン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシロキサン、ステアロキシシリコン等の高級アルコキシ変性シリコン、高級脂肪酸

変性シリコン、シリコン樹脂、シリコンゴム、シリコンレジン等が挙げられる。フッ素系油脂としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が例示される。なお、油剤を使用する場合には、上記に例示した油剤の内いずれか1種のみならず、2種以上の混合として使用しても構わない。

【0024】また、本発明の化粧料には、その目的に応じて界面活性剤を使用することができる。界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、両性、非イオン性等があるが、特に限定されるものでなく、いずれのものも使用することができる。例えばアニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等が例示される。カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられる。両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が例示される。

【0025】非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が例示され

る。

【0026】また、本発明の化粧料には、以下に示す粉体も使用することができる。この粉体の形状（球状、針状、板状等）、粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）及び粒子構造（多孔質、無孔質等）は、通常の化粧料に用いられているものであれば特に限定されず、いずれを使用しても構わない。さらに、該粉体を化粧料に配合する場合には、下記いずれか1種のものに限定されず、これと同等の効果を奏するものも使用することができ、さらに2種以上の混合としても構わない。なお、配合量は使用目的に応じて適宜決定される。有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、コメデンプン、ラウロイルリジン等が挙げられる。

【0027】界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等が例示される。無機粉体としては、具体的に酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、合成雲母、白雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、シリカ、雲母チタン、ベンガラ、黒酸化鉄、黄酸化鉄、ジークライト、バリウムフェライト等が挙げられるが、予め有機シリコーン樹脂粉体に添加しておき、これを化粧料に配合しても構わない。

【0028】有色顔料としては、無機系と有機系の顔料があり、無機系の顔料は上記無機粉体に包含されるものであるが具体的に説明すると、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、γ-酸化鉄等の無機褐色顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カ

ーボンブラック等の無機黒色顔料、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、これら粉体を複合化した合成樹脂粉体等が挙げられる。パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等が挙げられる。

【0029】金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等が挙げられる。タール色素としては、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等が例示される。天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等が挙げられる。なお、これら上記粉体を複合化したり、一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物又は界面活性剤等で処理したものも使用することができる。また、必要に応じて1種又は2種以上の混合としても構わない。

【0030】また、本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用されている成分、例えば水、アルコール類、水溶性高分子、皮膜形成剤、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等を添加することができる。アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等が挙げられ、ステロールとしては、コレステロール、シトステロール、フィステロール、ラノステロール等が挙げられる。

【0031】水溶性高分子としては、アラビアゴム、トラガカント、ガラクトン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインシード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、パレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トランタガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、ブルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデン

ブン、メチルヒドロキシプロピルデンブン等のデンブン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末等のセルロース系高分子等が挙げられる。さらに、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラボナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子等が例示される。なお、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤を含んでも構わない。

【0032】油溶性のゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 α 、 γ -ジ- n -ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体が挙げられ、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリナイトクレー等の有機変性粘土鉱物も含まれる。紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等が挙げられる。

【0033】防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等が挙げられる。抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカ

ルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等が挙げられる。酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、 γ -オリザノール等が挙げられる。pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d-リリンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等が挙げられる。キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等が挙げられ、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等が挙げられる。抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0034】また、美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ローヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 β -ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、 α -ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シ克蘭デレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ペラパミル、セファランチン、 γ -オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられる。

【0035】ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート等のビタミンB6類、L-アスコルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、d- α -トコフェロール-L-アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、d- α -トコフェロール、酢酸d- α -トコフェロール、ニコチン酸d- α -トコフェロール、コハク酸d- α -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンP、ビオチン等が挙げられる。アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等が挙げられ、核酸としては、デオキシリボ核酸等が挙げられ、さらにホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0036】本発明において、化粧料とは、皮膚外用剤すなわち外用医薬品等のように使用時の感触が問題とさ

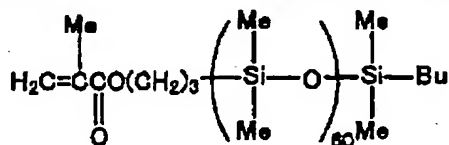
れる全ての分野の製品、すなわち端的に言えば皮膚に外用される全ての分野の製品を包含し、さらに美爪料、毛髪料等も含まれる。具体的には、化粧水、乳液、クリーム、パック、マッサージ料、リップクリーム、ハンドクリーム又は洗浄剤等のスキンケア料、また、フェンデーション、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロー、オーバーコート剤又は口紅等のメイクアップ料、さらに、マニキュア等の美爪料、そして、さらにシャンプー、リンス、リンスインシャンプー、トリートメント、コンディショナー、ヘアクリーム、ヘアオイル、ブラッシング剤、セット剤又は養毛剤等の毛髪に外用される全ての毛髪料製品等に应用できる。なお、剤型は、液状、乳液状、固形状、クリーム状、ペースト状、多層状、ムース状、ゲル状、スプレー等種々の形態を適宜選択することができる。さらに、化粧料以外に、離型性コーティング剤、保護コーティング剤、撥水コーティング剤、印刷用インキ、塗料又はワックス等のコーティングの分野にも用いることができる。

【0037】

【実施例】以下、本発明を実施例および比較例を挙げて説明する。

実施例1 (有機シリコーン樹脂板状粉体の製造)

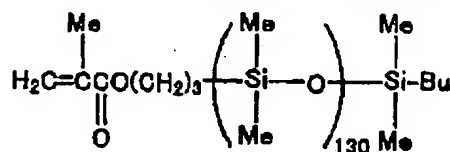
攪拌機、還流冷却器、温度計、窒素導入管を備えたガラス製反応器にトルエン100重量部を仕込んだ後、窒素ガスを吹き込むことによって溶存酸素を除去した。次に、反応器内にスチレン70重量部および下記化学式



で表されるオルガノポリシロキサン(1)を30重量部加えた後、アゾビスイソブチロニトリル0.2重量部を反応器温度80℃に保ちながら添加した。溶液の不揮発分が50%を超えるまで、アゾビスイソブチロニトリルを2時間おきに0.2重量部添加した。反応終了後、室温に戻し300重量部のメタノール中に注いで再沈させて無色の樹脂粉体を得た。乾燥後、GPCの測定を行ったところスチレン換算での重量平均分子量は43000であった。また、DSCによるガラス転移点の測定を行った結果、ガラス転移点は62℃であった。そして、得られた合成樹脂をトルエンに溶解した後、この合成樹脂のトルエン溶液をアルミ板に塗布して乾燥させてフィルム化した。次に、ジェットミルにて粉碎を行い、引き続き325メッシュのふるいにかけて平均粒径30μm、形状が板状である有機シリコーン樹脂粉体を得た。電子顕微鏡による粒子像の撮影からアスペクト比は平均で32であった。

【0038】実施例2 (有機シリコーン樹脂板状粉体の製造)

攪拌機、還流冷却器、温度計、窒素導入管を備えたガラス製反応器にトルエン40重量部を仕込んだ後、窒素ガスを吹き込むことによって溶存酸素を除去した。反応器温度を90℃に保ちながら、メタクリル酸メチル24重量部、メタクリル酸ブチル6重量部、2-ヒドロキシエチルアクリレート4重量部および下記化学式



で表されるオルガノポリシロキサン(2)6重量部の混合物とアゾビスイソブチロニトリル0.6重量部を滴下した。2時間後アゾビスイソブチロニトリル0.2重量部を添加して、さらに5時間熟成を行い反応を完結させた。反応終了後、室温に戻しメチルエチルケトンに添加して樹脂分を完全に溶解したのち濾過して合成樹脂溶液を得た。次に、実施例1と同一の方法で合成樹脂溶液を処理して、重量平均分子量が28000、ガラス転移点が80℃、形状が板状である有機シリコーン樹脂粉体を得た。また、該有機シリコーン樹脂粉体の平均粒径は24μm、アスペクト比は28であった。

【0039】実施例3 (有機シリコーン樹脂板状粉体の製造)

攪拌機、還流冷却器、温度計、窒素導入管を備えたガラス製反応器に前記オルガノポリシロキサン(2)10重量部、メチルエチルケトン60重量部を仕込んだ後、窒素ガスを吹き込むことによって溶存酸素を除去した。反応器温度を80℃に保ちながら、メタクリル酸メチル26重量部、メタクリル酸4重量部の混合物とアゾビスイソブチロニトリル0.2重量部を滴下した。7時間後にもさらにアゾビスイソブチロニトリル0.2重量部を添加して、その後4時間熟成を行い反応を完結させた。反応終了後、室温に戻し300重量部のメタノール中に注いで無色の樹脂粉体を得た。次に、メチルエチルケトンで溶解して合成樹脂溶液とした後、実施例1と同一の方法で処理して、重量平均分子量が32000、ガラス転移点が110℃、形状が板状である有機シリコーン樹脂粉体を得た。また、該有機シリコーン樹脂粉体の平均粒径は15μm、アスペクト比は19であった。

【0040】実施例4 (有機シリコーン樹脂板状粉体の製造)

攪拌機、還流冷却器、温度計、窒素導入管を備えたガラス製反応器にトルエン100重量部を仕込んだ後、窒素ガスを吹き込むことによって溶存酸素を除去した。さらに、スチレン70重量部、オルガノポリシロキサン

(1)を30重量部、トリメトキシメタアクリロイルプロピルシラン0.5重量部を加えた後、アゾビスイソブチロニトリル0.2重量部を反応器温度80℃に保ちな

がら添加した。溶液の不揮発分が50%を超えるまで、アゾビスイソブチロニトリルを2時間おきに0.2重量部添加した。反応終了後、少量とって乾燥し、GPCの測定を行ったところスチレン換算での重量平均分子量は45000であった。続いて、微粒子酸化チタン2重量部を添加して、さらに加熱撹拌を継続した。室温に戻し、300重量部のメタノール中に注いで無色の樹脂粉体を得た。また、DSCによるガラス転移点の測定を行った結果、ガラス転移点は64℃であった。トルエンに再度溶解した後、合成樹脂溶液をアルミ板に塗布して乾*10

(成分)

1. マイクロクリスタリンワックス
2. ラノリン
3. ジメチルポリシロキサン (6 c s)
4. ジメチルポリシロキサン (>100万 c s)
5. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比3:2)
6. ソルビタンセスキオレイン酸エステル
7. ポリオキシエチレン (20) ソルビタンモノオレイン酸エステル
8. 1, 3-ブチレングリコール
9. 防腐剤
10. 香料
11. 精製水

(製造方法)

A: 成分1~7を加熱混合する。
B: 成分8~9及び11を混合した後、Aを加えて乳化する。
C: Bを冷却し、成分10を加えて乳液を得る。
以上のようにして得られた乳液は、塗布時のべたつきが※

(成分)

1. ミリスチン酸
2. パルミチン酸
3. ステアリン酸
4. ミツロウ
5. ポリエチレングリコール6000
6. ジステアリン酸エチレングリコール
7. ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド
8. グリセリン
9. 防腐剤
10. 水酸化カリウム
11. 精製水
12. N-ラウロイルサルコシンナトリウム
13. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比28)

(製造方法)

A: 成分1~9を加熱溶解する。
B: 成分10~11を加熱溶解する。
C: AにBを加え均一溶解し、更に成分12及び13を加えて均一にする。撹拌しながら冷却し、皮膚洗浄剤を得る。
以上のようにして得られた皮膚洗浄剤は、使用時ののび★

(成分)

* 乾燥させてフィルム化した。その後、ジェットミルにて粉碎して引き続き325メッシュのふるいにかけて平均粒径が28μm、形状が板状である有機シリコーン樹脂粉体を得た。電子顕微鏡による粒子像の撮影からアスペクト比は平均で25であった。

【0041】実施例5

実施例1において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従い乳液を製造した。

(%)

1. 0
1. 0
40. 0
2. 0
2. 0
4. 0
1. 0
5. 0
- 適量
- 適量
- 残量

※なく、のび広がりが高く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常に滑らかなものであった。

【0042】実施例6

実施例2において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従い皮膚洗浄剤を製造した。

(%)

15. 0
5. 0
3. 0
3. 0
2. 0
2. 0
3. 0
15. 0
- 適量
5. 5
- 残量
10. 0
2. 0

★広がりが高く、マッサージ効果が得られ、洗い流した後のさらさら感、さっぱり感に優れ、つっぱり感のないものであった。

【0043】実施例7

実施例3において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いプレストパウダーファンデーションを製造した。

(%)

19	20
1. 酸化チタン	5.0
2. カオリン	5.0
3. タルク	残量
4. ミリスチン酸亜鉛	5.0
5. ベンガラ	0.7
6. 黄酸化鉄	2.1
7. 黒酸化鉄	0.2
8. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比19)	15.0
9. 多孔質球状シリカ	10.0
10. スクワラン	3.0
11. トリオクタン酸グリセリル	2.0
12. 防腐剤	適量
13. 香料	適量

(製造方法)

A: 成分1~9を混合する。

B: 成分10~12を混合し、Aに加える。

C: Bに成分13を加えて均一に混合し、金皿にプレスする。

以上のようにして得られた本発明品のプレストパウダーファンデーションは、非常にさらさらして滑らかで、の*20

*び広がりも軽く、おさまりも良く付着性に優れ、仕上がりの美しさ、化粧持ちの良さに優れていることがわかった。

【0044】実施例8

実施例2において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いファンデーションを製造した。

(成分)	(%)
1. 酸化チタン	12.0
2. 酸化亜鉛	10.0
3. カオリン	10.0
4. タルク	残量
5. ベンガラ	0.8
6. 黄酸化鉄	2.5
7. 黒酸化鉄	0.2
8. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比28)	18.0
9. シリコーンゴム硬化物粉体 (*1)	5.0
10. 流動パラフィン	4.0
11. オクタメチルシクロテトラシロキサン	5.0
12. ジメチルポリシロキサン	5.0
13. パルミチン酸イソプロピル	3.0
14. グリセリン	3.0
15. 防腐剤	適量
16. 香料	適量

*1: KSP-100 (球状、平均粒径5 μ m、信越化学工業(株)製)

(製造方法)

A: 成分1~9を均一混合する。

B: 成分10~15を混合し、Aに加える。

C: Bに成分16を加えて金皿にプレス成型する。

以上のようにして得られた本発明品のファンデーションは、非常にさらさらして滑らかで、のび広がりも軽く、※

※おさまりも良く付着性に優れ、仕上がりの美しさ、化粧持ちの良さに優れていることがわかった。

【0045】実施例9

実施例3において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いファンデーションを製造した。

(成分)	(%)
1. シリコーン処理酸化チタン	7.0
2. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比19)	6.0
3. シリコーン処理ベンガラ	0.5
4. シリコーン処理黄酸化鉄	1.3
5. シリコーン処理黒酸化鉄	0.2

21

6. 流動パラフィン
7. ジメチルポリシロキサン
8. オクタメチルシクロテトラシロキサン
9. パーフルオロポリエーテル
10. パラメトキシケイ皮酸オクチル
11. パルメチン酸デキストリン
12. セスキオレイン酸ソルビタン
13. ポリエーテル変性シリコーン (*2)
14. 1, 3-ブチレングリコール
15. グリセリン
16. 防腐剤
17. 香料
18. 精製水

*2: KF-6017 (信越化学工業 (株) 製)

(製造方法)

A: 成分6~13を加熱混合し、成分1~5を加えて均一に混合する。

B: 成分14~16及び18を加熱混合する。

C: AにBを加えて乳化混合し、冷却した後、成分17を添加してファンデーションを得る。

以上のようにして得られた本発明品のファンデーション*

(成分)

1. 石膏
2. タルク
3. 顔料
4. ナイロンパウダー
5. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比25)
6. スクワラン
7. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン
8. グリセリン
9. 防腐剤
10. 香料
11. 精製水
12. エタノール

重量割合は成分1~10までで合計100%とし、成分11及び12の重量割合はこれに対する重量割合を表す。

(製造方法)

A: 成分1~5を混合する。

B: 成分6~12を混合する。

C: BにAを添加、混合し、容器に充填して放置、硬化後、乾燥させる。

以上のようにして得られた本発明品のスティックアイシ※

(成分)

1. パラフィンワックス
2. ラノリンワックス
3. キャンデリラワックス
4. カオリン
5. ヒマシ油
6. ジメチルポリシロキサン

22

5. 0
8. 0
12. 0
2. 0
2. 0
2. 0
1. 5
1. 5
2. 0
7. 0
- 適量
- 適量
- 残量

*は、非常にさらさらして滑らかで、のび広がりも軽く、おさまりも良く付着性に優れ、仕上がりの美しさ、化粧持ちの良さに優れていることがわかった。

【0046】実施例10

実施例4において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いスティックアイシャドウを製造した。

(%)

35. 0
17. 5
10. 0
15. 0
15. 0
3. 0
0. 5
4. 0
- 適量
- 適量
- (100)
- (50)

※ヤドウは、外観が良好で、非常にさらさらして滑らかで、しかものび広がりが軽く、おさまりも良く付着性に優れ、仕上がりの美しさ、化粧持ちの良さに優れていることがわかった。また、粉っぽさもなく、使用時、ぽかし易い等使用性に優れたものであった。

40 【0047】実施例11

実施例3において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いスティック状口紅を製造した。

(%)

12. 0
12. 0
3. 0
10. 0
- 残量
10. 0

23	24
7. トリオクタン酸グリセリン	2. 5
8. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比19)	6. 0
9. 酸化チタン	1. 0
10. 赤色201号	1. 0
11. 赤色202号	2. 0
12. 青色1号アルミニウムレーキ	0. 5
13. 香料	適量

(製造方法)

A: 成分1~12を加熱溶解する。

B: Aに成分13を加え、均一に混合する。

C: Bをカプセルに充填し、スティック状口紅を得る。

以上のようにして得られた本発明品のスティック状口紅は、非常にさらさらして滑らかで、のび広がり軽く、*

*おさまりも良く付着性に優れ、仕上がりの美しさ、化粧持ちの良さに優れていることがわかった。

10 【0048】実施例12

実施例2において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いリンスを製造した。

(成分)	(%)
1. ジステアリン酸エチレングリコール	3. 0
2. セタノール	2. 0
3. モノステアリン酸プロピレングリコール	3. 0
4. ジメチルポリシロキサン (100cs)	3. 0
5. モノステアリン酸グリセリン	4. 0
6. ポリオキシエチレン (3) ステアレート	4. 0
7. 塩化アセチルトリメチルアンモニウム	5. 0
8. ポリオキシエチレン (20) セチルエーテル	2. 0
9. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比28)	2. 0
10. 1, 3-ブチレングリコール	5. 0
11. 防腐剤	適量
12. 香料	適量
13. 精製水	残量

(製造方法)

A: 成分1~9を攪拌、混合する。

B: 成分10~11および13を加熱混合する。

C: AにBを添加、混合した後、冷却、成分12を添加してリンスを得る。

以上のようにして得られた本発明品のリンスは、使用時のべたつきや重さもなく、毛髪に優れたツヤを与え、さ※

※さら感、滑らかさ、ボリューム感を付与し、櫛通りも良い、使用性や持続性も優れたものであった。

30 【0049】実施例13

実施例3において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いトリートメントを製造した。

(成分)	(%)
1. ジステアリン酸エチレングリコール	1. 0
2. 流動パラフィン	10. 0
3. スクワラン	5. 0
4. ステアリルアルコール	1. 5
5. ジメチルポリシロキサン (10cs)	3. 0
6. ステアリン酸	6. 0
7. ポリオキシエチレン (3) ステアリルアルコール	4. 5
8. ポリオキシエチレン (150) セチルエーテル	2. 0
9. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比19)	1. 5
10. 1, 3-ブチレングリコール	6. 0
11. 防腐剤	適量
12. 香料	適量
13. 精製水	残量

(製造方法)

A: 成分1~9を加熱、混合する。

B: 成分10~11および13を混合、分散する。

50 C: AにBを添加、混合した後、冷却、成分12を添加

してトリートメントを得る。

以上のようにして得られた本発明品のトリートメントは、使用時のべたつきや重さがなく、毛髪に優れたツヤを与え、さらさら感、滑らかさ、ボリューム感を付与し、櫛通りも良く、使用性や持続性にも優れたものであ*

(成分)

1. スチレン・アクリル酸共重合体 (*1)
2. エタノール
3. 中和剤
4. カルビトール
5. 可塑剤
6. 消泡剤
7. 防腐剤
8. 香料
9. 精製水
10. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比19)
11. 有色着色顔料

*1: ジョンクリル 68 (ジョンソンポリマー社製)

(製造方法) 成分1~11を均一に混合し、容器に詰め美肌料を得る。以上のようにして得られた水系美爪料は、塗布し易く、のび広がり良く、滑らかでツヤがあり、化粧持ちに優れたもので、また、粘度変化がない経時安定性に優れたものであった。

※

(成分)

1. 有機シリコーン樹脂板状粉体 (アスペクト比28)
2. クロロヒドロキシアルミニウム
3. イソプロピルメチルフェノール
4. セスキオレイン酸ソルビタン
5. ミリスチン酸イソプロピル
6. 香料
7. 噴射剤

(製造方法) A: 成分1~6を混合する。

B: Aをエアゾール用缶に詰めた後、成分7を充填する。

以上のようにして得られた本発明品のエアゾール組成物は、防臭効果が高く、塗布時のべたつきや重さがなく、のび広がり軽く、さらとした滑らかな感触を有し、また、再分散性が良好なため、非常に使用性に優れたものであった。

【0052】実施例16

実施例4において得られたアスペクト比が約1より大きい酸化チタン含有有機シリコーン樹脂板状粉体を用いて、上記実施例5と同一の成分と配合で乳液を製造した。得られた乳液は、上記実施例5と同様に外観が良好で、塗布時のざらつきやべたつき等の違和感を感じることがなく、しかものび広がり良く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れていた。さらに、無機粉体が含有されているにもかかわらず、試験瓶に入れて経時変化を測定したところ3か月経過しても沈殿物が見られなかった。

*った。

【0050】実施例14

実施例3において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従い水系美爪料を製造した。

(%)

- 40.0
- 10.0
- 適量
- 適量
- 適量
- 適量
- 適量
- 適量
- 残量
- 1.0
- 3.0

※【0051】実施例15

実施例2において得られた有機シリコーン樹脂板状粉体を、以下に示す成分と共に配合し、下記製造方法に従いエアゾール組成物を製造した。

(%)

- 3.0
- 2.0
- 0.3
- 0.2
- 5.0
- 適量
- 残量

【0053】比較例1

実施例1と同一の方法により共重合反応させて得られた白色の樹脂粉体を乾燥させて、ジェットミルにて粉碎を行い、引き続きふるいにかけて平均粒径が20μmで、形状が球状、柱状、棒状、板状、針状等の混合からなる有機シリコーン樹脂粉体を得た。該有機シリコーン樹脂板状粉体を用いて、上記実施例5と同一の配合条件で乳液を製造したところ、得られた乳液は光沢にくすみを感じると共に、感触に違和感を感じた。

比較例2

実施例5において、本発明の有機シリコーン樹脂粉体の代わりに未処理のマイカを用いて同一の配合条件で乳液を製造した。以上のようにして得られた乳液は、外観は良好であったが、試験瓶に入れて経時変化を測定したところ1週間で若干の沈殿物が見られた。

【0054】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかな

るものであっても本発明の技術的範囲に包含される。例えば、実施例において具体的に、本発明の化粧料の1成分として、ラジカル重合性基含有ジメチルオルガノポリシロキサンとラジカル重合性単量体との共重合体で構成され、形状が板状でありアスペクト比が約1を超える有機シリコーン樹脂粉体を使用した場合について説明したが、ラジカル重合性基以外の反応性基、例えばカルボン酸基とアルコール基を反応性基に有するオルガノポリシロキサン及び／又は単量体等を用いて共重合体とし、これを配合しても同様な効果を奏する。

【0055】

【発明の効果】本発明により、反応性基含有オルガノポリシロキサンとその反応性基と反応性の少なくとも一種の単量体又はオリゴマーとを重合反応させて得られる共重合体からなる有機シリコーン樹脂粉体であって、該有機シリコーン樹脂粉体の形状が板状であり、アスペクト比が約1を超えるものを含有することを必須とする化粧料とすれば、塗布時のべたつきや重さがなく、さらさら*

＊して、のび広がりも軽く、付着性も良く、後肌も、さらった滑らかなさっぱりした感触と化粧持ちの非常に良い、使用感、使用性ともに優れたものである。また、従来から使用されている無機粉体より比重を格段に小さくすることができるので該有機シリコーン樹脂粉体が沈降することを防止できる。

【0056】さらに、化粧料の必須成分として共重合体で構成され、形状が板状でありアスペクト比が約1を超える有機シリコーン樹脂粉体を添加すれば、基材との相溶性や分散性に優れるため、従来の有機系の樹脂を配合した場合に生じ易いざらつき感や、シリコーン系の樹脂を配合した場合に生じ易いべたつき感等の違和感をも解消することができると共に、各々の樹脂が本来的に有する安定性やしっとり感等の風合い等優れた特性を化粧料に付与することができる。従って、従来から無機粉体を単独で使用する場合に比べ、性能はもとより取り扱い性をも格段に改善されており、しかも安価かつ容易に製造することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I	ターマコード* (参考)
C 08 J 5/18	CFH	C 08 J 5/18	CFH
C 08 K 3/00		C 08 K 3/00	
7/16		7/16	
C 08 L 51/08		C 08 L 51/08	
83/10		83/10	
// C 09 G 1/00		C 09 G 1/00	A

(72) 発明者 宮台 進二

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコーン電子材料
技術研究所内

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-302828

(43)Date of publication of application : 31.10.2000

(51)Int.Cl. C08F283/12
A61K 7/00
B29C 47/40
C08G 77/42
C08J 3/12
C08J 5/18
C08K 3/00
C08K 7/16
C08L 51/08
C08L 83/10
// C09G 1/00

(21)Application number : 2000-034875 (71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 14.02.2000 (72)Inventor : NAKANISHI TETSUO
ONO ICHIROU
MIYADAI SHINJI

(30)Priority

Priority number : 11038039 Priority date : 17.02.1999 Priority country : JP
11039532 18.02.1999

JP

(54) ORGANIC SILICONE-RESIN PULVERULENT BODY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a pulverulent body which contains a copolymer obtained by polymerizing a reactive group-containing organopolysiloxane and a monomer or oligomer reactive therewith and which improves texture such as gloss and touch as well as the use feeling such as extensibility and feel even in the case of blending with other components, by specializing the shape as a plate and an aspect ratio thereof.

SOLUTION: The pulverulent body has an aspect ratio of more than 1, preferably in the range of 5-50. A reactive group is a radically polymerizable one and a reactive monomer or oligomer may be radically polymerizable one. The pulverulent body is of the shape of a flake, of which thickness is preferably 0.1-2 . m. In addition, an average particle size is preferably 0.1-100 . m on the basis of the volume. A blend ratio (a weight ratio) of the organopolysiloxane to the monomer or oligomer is 0.1/99.0 to 50/50. The polymerization reaction is carried out by an emulsion-, solution-, or bulk-polymerization by using a radical initiator (e.g. benzoyl peroxide)

in accordance with the usual process.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision
of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office